

AQUEOUS DISPERSION OF SPHERICAL SILICONE RUBBER

Patent number: JP11140191
Publication date: 1999-05-25
Inventor: IGUCHI YOSHINORI; HORIGUCHI RYUJI; KUWATA SATOSHI
Applicant: SHINETSU CHEMICAL CO
Classification:
- international: C08J3/03; C08J3/075; C08L83/04; C08L83/04
- european:
Application number: JP19970305666 19971107
Priority number(s): JP19970305666 19971107

Report a data error here

Abstract of JP11140191

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an aqueous dispersion of a spherical silicone rubber, excellent in dispersedness and long-term stability and capable of being used as a lubricant, a mold release agent, a cosmetic additive, a coating additive or a synthetic resin additive which impart mold release properties or blocking resistance when added to a water-based material or directly applied thereto.

SOLUTION: This dispersion mainly consists of 30-80 wt.% spherical silicone cured product (A) containing at least 70 mol.% units represented by the general formula: $-(R_2Si)-$ in the molecule and having a mean particle diameter of 0.1-100 μm , 0.1-30 wt.% nonionic surfactant (B), 0.01-10 wt.% ionic surfactant (C) and water (D), with the proviso that the B/C weight ratio is 100/100 to 100/0.1.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-140191

(43)公開日 平成11年(1999) 5月25日

(51)Int.Cl.⁶
C 0 8 J 3/03
3/075
C 0 8 L 83/04
// C 0 8 L 83: 04

識別記号
CFH
CFH

F I
C 0 8 J 3/03 CFH
C 0 8 L 83/04

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-305666

(22)出願日 平成9年(1997)11月7日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社
東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 井口 良範

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(72)発明者 堀口 隆二

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 球状シリコンゴムの水性分散液

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 潤滑剤、離型剤、化粧品添加剤、塗料添加剤、合成樹脂添加剤として水性材料に添加、配合するかあるいは直接塗布して離型性やブロッキング防止性を付与できる、分散性が良好で経時で保存安定性が優れた球状シリコンゴムの水性分散液。

【解決手段】 (A) 分子中に下記一般式-(R₃SiO)-で表わされる単位を70モル%以上含有する平均粒径 0.1~100μmの球状シリコンゴム硬化物、(B) 非イオン性界面活性剤、(C) イオン性界面活性剤、(D) 水を主成分としてなり、かつ(B)/(C)の重量比が 100/100~100/0.1 である球状シリコンゴムの水性分散液。

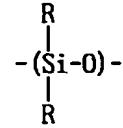
【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記(A)～(D)を主成分としてな * であり、かつ(B)/(C)の重量比が100/100～100/0.1

(A) 分子中に下記一般式〔化1〕で表わされる単位を70モル%以上含有する平均粒径0.1～100 μ mの球状シリコーンゴム硬化物 30～80重量%、

〔化1〕

※ ※



(ここでRは炭素数1～20の置換または非置換の1価炭化水素基)

(B) 非イオン性界面活性剤

0.1～30重量%、

(C) イオン性界面活性剤

0.01～10重量%、

(D) 水

残部。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は広範囲の分野で有用な球状シリコーンゴムの水性分散液に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から球状シリコーンゴム粉末については広範囲の産業分野での用途が提案されている。すなわち、化粧料(特開平8-12546号公報、特開平8-12545号公報、特公平4-17162号公報、特公平4-66446号公報参照)、合成樹脂材料(特公昭63-12489号公報、特公平6-55805号公報参照)、合成ゴム材料(特開平2-102263号公報参照)などへの添加配合が示されている。

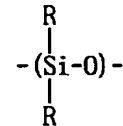
【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし水性材料にこれらの球状シリコーンゴム粉末を添加する際には、分散性★

(A) 分子中に下記一般式〔化2〕で表わされる単位を70モル%以上含有する平均粒径0.1～100 μ mの球状シリコーンゴム硬化物 30～80重量%、

〔化2〕

☆ ☆



(ここでRは炭素数1～20の置換または非置換の1価炭化水素基)

(B) 非イオン性界面活性剤

0.1～30重量%、

(C) イオン性界面活性剤

0.01～10重量%、

(D) 水

残部。

【0005】

【発明の実施の形態】(A)の球状シリコーンゴムの分子中に含有される $-(\text{R}_i\text{SiO})-$ 単位のRは置換または非置換の炭素数1～20の1価の炭化水素基であり、具体的にはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、エイコシル基等のアルキル基;フェニル基、トリル基などのアリール基; β -フェニルエチル基、 β -フェニルプロピル基のようなアラルキル基;またはこれらの基の炭素原子に結合する水素原子の一部または全部がハロゲン原子、シアノ基で置換された炭化水

★が低いため均一に混合することが困難であった。これに対しシリコーンゴム粒状物の水分散液が提案されている。例えば、特開昭63-309565号公報には、非イオン性界面活性剤を用いたシリコーンゴム粒状物の水分散液が提案されているが、シリコーンゴム粒状物の濃度が低く不経済なものであり、また安定性も不充分であった。特公平4-55611にも非イオン性界面活性剤を用いたシリコーンゴム粒状物の水分散液が提案されているが、経時でシリコーンゴム粒状物が分離するという欠点があった。

【0004】

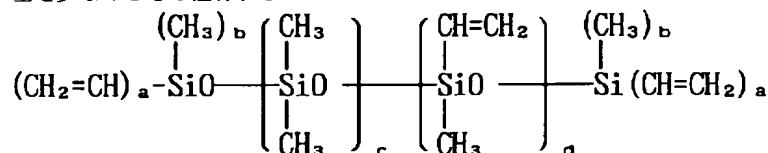
【課題を解決するための手段】本発明は前記問題点を解決するもので、下記(A)～(D)を主成分としてなり、かつ(B)/(C)の重量比が100/100～100/0.1である球状シリコーンゴムの水性分散液である。

素基、すなわちクロロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などが示されるが、良好な平滑性、離型性を与えるという点からメチル基が好ましく、分子中に $-(\text{R}_i\text{SiO})-$ の単位が70モル%以上含有されることが必要である。これが70%未満であると平滑性、離型性に乏しくなる。好ましくは80モル%以上である。

【0006】本発明の球状シリコーンゴム水性分散液は、硬化性の $-(\text{R}_i\text{SiO})-$ 単位を含むオルガノポリシロキサンを(B)の非イオン性界面活性剤および(C)のイオン性界面活性剤を用いて水中に分散させ、硬化させるか、あるいは硬化性の $-(\text{R}_i\text{SiO})-$ 単位を含むオルガノボ

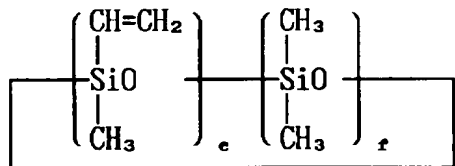
リシロキサンを(B)の非イオン性界面活性剤を用いて水中に分散させ、硬化させた後、(C)のイオン性界面活性剤を添加配合することにより得られる。(C)による硬化反応の遅延化のおそれがあるときは、後者の方が好ましい。この硬化は付加反応、縮合反応による硬化、紫外線照射、放射線照射による硬化などいずれの硬化方法でもよいが、特に白金触媒を用いた付加反応による硬化が好ましい。

【0007】白金触媒を用いた付加反応による例としては硬化性の $-(R_1SiO)-$ 単位を含むオルガノポリシロキサン30~80重量%に対し(B)の非イオン性界面活性剤0.1~30重量%を用いて、残量%の水(D)中に分散させた後白金触媒を添加配合し、硬化させることにより平均粒径0.1~100 μm のシリコーンゴム球状硬化物を得、さらに(C)のイオン性界面活性剤0.01~10重量%を添加配合し全体として100重量%とする。このオルガノポリシロキサンとしては、1分子中にけい素原子に結合しているアルケニル基を少なくとも2個有するアルケニル*

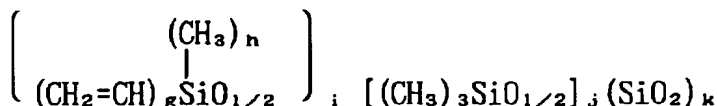


(ここでa、bは0、1、2または3でa+b=3、cは正数、dは0または正数で2a+d \geq 2である。)

【化4】



※



(ここでgは1、2または3、hは0、1または2でg+h=3、i、j、kは正数。)

【0009】上記オルガノハイドロジェンポリシロキサンの分子構造は特に限定されるものではなく、直鎖状、分枝状または環状のいずれでも、これらの混合物であってもよく分子量も限定されないが、上記アルケニル基含有オルガノポリシロキサンとの相溶性が良好である点から、25℃における粘度が1~10,000cStのものが好ましい。このオルガノハイドロジェンポリシロキサンの使用

*ル基含有オルガノポリシロキサンと1分子中にけい素原子に結合している水素原子を少なくとも2個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンを用いれば良い。上記アルケニル基含有オルガノポリシロキサンは、アルケニル基が分子中のどの部分に存在しているものでよいが、特に分子の末端に存在するものが好ましい。また分子構造は直鎖状であっても分枝状であっても、さらにはこれらの混合物であってもよい。

【0008】本発明におけるアルケニル基含有オルガノポリシロキサンの分子量は特に限定されるものではない。また粘度については25℃における粘度が1cSt未満では硬化しにくくなるし、10,000cStを超えると表面平滑性が低下するので、1~10,000cStの範囲、好ましくは5~1,000cStである。このアルケニル基含有オルガノポリシロキサンとして下記式【化3】~【化5】のものを例示するが、これに限定されない。

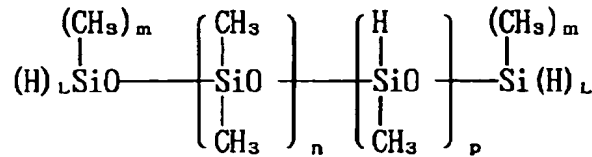
【化3】

※(ここでeは2以上の整数、fは0または正の整数でe+f=4~8。)

【化5】

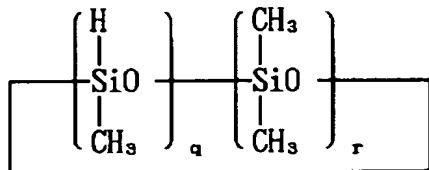
量は、上記アルケニル基含有オルガノポリシロキサンのアルケニル基1個に対し、けい素原子に結合した水素原子が0.5個未満となるような量では、良好な硬化性を得ることが困難であり、同じく水素原子が5個を超えるような量では、硬化後のゴムの物理的物性が低下するので0.5~5個となる使用量が好ましい。このオルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては下記式【化6】~【化8】のものが例示されるがこれに限定されない。

【化6】



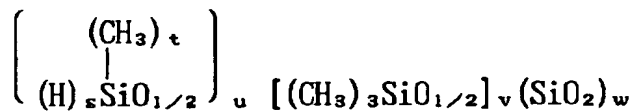
(ここで L, m は 0, 1, 2 または 3 で $L+m=3$, n は 0 または正数, p は正数で $2L+p \geq 2$ である。)

【化7】



10

*



(ここで s は 1, 2 または 3, t は 0, 1 または 2 で $s+t=3$, u, v, w は正数。)

【0010】前記白金系触媒としては白金担持カーボンまたは白金担持シリカ、塩化白金酸、白金-オレフィン錯体、白金-アルコール錯体、白金-リン錯体、白金配位化合物等が挙げられる。この白金系触媒の使用量は上記オルガノポリシロキサンに対し白金量で 1 ppm 未満では硬化が遅くなるうえ、触媒毒の影響も受けやすく、10 ppm を超えても特に硬化速度の向上等を期待することができず経済性の面で好ましくないで 1~100 ppm の範囲が好ましい。

【0011】本発明における(B)の非イオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル等が挙げられ、特にポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルが好ましく、これらは単独または2種以上の併用で用いることができる。

【0012】本発明における(C)のイオン性界面活性剤としては、アルキル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルケニルコハク酸塩、スルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、脂肪酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、アルキル

* (ここで q は 2 以上の整数, r は 0 または正の整数で $q+r=4 \sim 8$ 。)

【化8】

リン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、N-アシルタウリン酸塩、N-アシルアミノ酸塩等のアニオン性界面活性剤、アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、トリエタノールアミン・ジ脂肪酸エステル四級塩、N-ヒドロキシエチル-N-メチル-プロパンジアミンの脂肪酸モノエステルモノアミドの塩、アルキルベンジルジメチルアンモニウム塩、アルキルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩などのカチオン性界面活性剤あるいはアルキルジメチルアミノオキソド、アルキルカルボキシベタイン、アルキルスルホベタイン、アミドアミノ酸塩、ホスファチジルコリンなどの両イオン性界面活性剤が挙げられる。なかでもアニオン性界面活性剤のポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩およびカチオン性界面活性剤のアルキルトリメチルアンモニウム塩が好ましい。なおアニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤および両イオン性界面活性剤を併用で用いることはできないが、同じイオン性であれば2種以上の併用で用いることができる。

【0013】本発明における(A)の配合量は、30重量%未満であると、本発明の分散液の添加配合量が増加するために非効率であるし、80重量%を超えると、粘度が高くなり取り扱いが困難となるし、添加時の希釈性が低下する。従って30~80重量%が必要であり、好ましくは40~60重量%である。本発明における(B)の配合量は、0.1重量%未満であっても、30重量%を超えても安定性に乏しいものとなるため、0.1~30重量%であり、より好ましくは、1~10重量%である。本発明における(C)の配合量は、0.01重量%未満であっても、10重量%を超えても安定性に乏しいものとなるため、0.01~10

重量%であり、より好ましくは0.02~1重量%である。本発明における(B)/(C)の重量比は100/100より小さくても、100/0.1より大きくても、得られる水性分散液の安定性が乏しいものとなるため、100/100~100/0.1の範囲が必要であり、好ましくは100/10~100/0.5である。

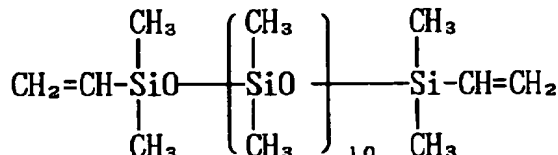
【0014】本発明における(D)の配合量は、10重量%未満であると、粘度が高くなり取り扱いが困難となるし、69.89重量%を超えると、本発明の分散液を添加使用する際の添加量が増加するために非効率であることから10~69.89重量%であり、好ましくは30~60重量%である。

【0015】上記(A)、(B)、(C)、(D)の含有量が上記数値限定内に入るように、本発明における(A)を製造する際これらを配合すればよいが、(B)はその一部を、また(C)はその一部または全量を(A)の製造後に配合してもよい。本発明の球状シリコンゴムの水性分散液における(A)の球状シリコンゴムの平均粒径は0.1μm未満では表面平滑性が十分ではなく、100μmを超えると、安定性が低下するため、0.1~100μmが必要で好ましくは1~20μmである。本発明の水性分散液は前記のように各種水性材料に添加配合あるいは処理対象物に直接塗布されるが、水性材料に配合する場合、配合量はその有効成分(A)基準で1~10重量%となる量が好ましい。

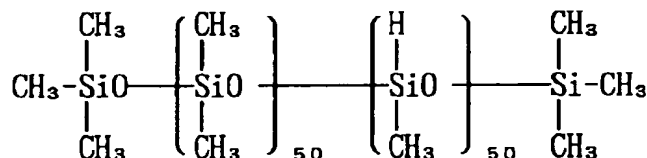
【0016】

【実施例】以下に実施例をあげて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。なお実施例中の粘度は25℃における測定値である。

(実施例1) 下記式【化9】で示され、粘度が10cStの*30



【化10】



【0018】(実施例2) 下記式【化11】で示される粘度が600cStのメチルビニルポリシロキサン462gと下記式【化12】で示される粘度が25cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン18gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み(組成b)、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤a 3.4g、非イオン性界面活性剤b 4.6g、水56gを加え6,000rpmで

*メチルビニルポリシロキサン380gと下記式【化10】で示され、粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み(組成a)、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モル数9)ラウリルエーテル(非イオン性界面活性剤a) 3.4g、ポリオキシエチレン(付加モル数23)ラウリルエーテル(非イオン性界面活性剤b) 4.6g、水80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水194.6gを加え、更に高圧ホモジナイザーで300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(塩化白金酸含有量0.5重量%) 1.4g、非イオン性界面活性剤a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤b 19.8gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、ポリオキシエチレン(付加モル数3)ラウリルエーテル硫酸ナトリウム(イオン性界面活性剤a)の25%水溶液1.6gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は64.9重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII(コールター社製)を用いて測定したところ1.6μmであった。この分散液の数gを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0017】

【化9】

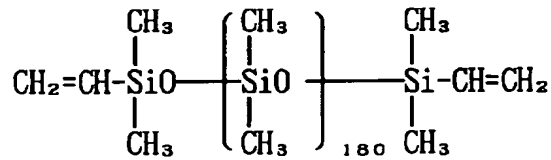
攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水218.6gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(塩化白金酸含有量0.5重量%) 1.4g、非

イオン性界面活性剤 a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤 b 19.8gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、イオン性界面活性剤 a の25%水溶液1.6gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を 105°Cで3時間乾燥した後の不揮発分は65.1重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ 2.5μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを 100mlガラスビンに採取し25°Cと 40°Cで静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に*

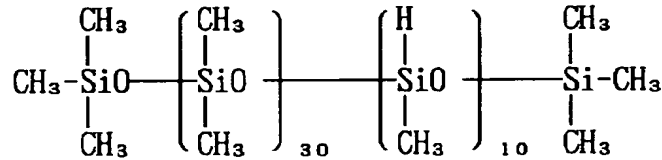
*示す。

【0019】

【化11】



【化12】



【0020】（実施例3）前記式【化9】で示される粘度が 10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤 a 3.4g、非イオン性界面活性剤 b 4.6g、水 80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水195.8gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤 a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤 b 19.8gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、ポリオキシエチレン（付加モル数3）ノニルフェニルエーテル硫酸アンモニウム（イオン性界面活性剤 b）0.4gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を 105°Cで3時間乾燥した後の不揮発分は64.1重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ 1.5μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを 100mlガラスビンに採取し25°Cと40°Cで静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0021】（実施例4）前記式【化9】で示される粘度が 10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤 a 3.4g、非

イオン性界面活性剤 b 4.6g、水 80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水194.8gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤 a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤 b 19.8gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド（イオン性界面活性剤 c）の28%水溶液1.4gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を 105°Cで3時間乾燥した後の不揮発分は64.8重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ 1.5μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを 100mlガラスビンに採取し25°Cと40°Cで静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0022】（実施例5）前記式【化9】で示される粘度が 10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤 a 3.4g、非イオン性界面活性剤 b 4.6g、水 80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水193.4gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエ

ン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤b 19.8gから成る混合物を添加し24時間反応させ、イオン性界面活性剤cの28%水溶液2.8gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は64.5重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ1.6μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0023】（実施例6）前記式【化9】で示される粘度が10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤a 1.7g、非イオン性界面活性剤b 2.3g、水80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水214.7gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤a 7.3gおよび非イオン性界面活性剤b 9.9gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、非イオン性界面活性剤cの28%水溶液2.8gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は61.6重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ2.0μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0024】（比較例1）前記式【化9】で示される粘度が10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤a 3.4g、非イオン性界面活性剤b 4.6g、水80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水196.2gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエ

ン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤a 14.6gおよび非イオン性界面活性剤b 19.8gから成る混合物を添加し、24時間反応させたところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は61.0重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ1.5μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0025】（比較例2）前記式【化9】で示される粘度が10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤a 3.4g、非イオン性界面活性剤b 4.6g、水80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水196.2gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤a 4.6gおよび非イオン性界面活性剤b 6.2gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、イオン性界面活性剤b 2.36gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は61.0重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）を用いて測定したところ1.6μmであった。この分散液の数qを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0026】（比較例3）前記式【化9】で示される粘度が10cStのメチルビニルポリシロキサン380gと前記式【化10】で示される粘度が130cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン100gを容量1リットルのガラスビーカーに仕込み（組成a）、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、非イオン性界面活性剤a 3.4g、非イオン性界面活性剤b 4.6g、水80gを加え6,000rpmで攪拌を継続したところ、転相が起こり増粘が認められた。次いで2,000rpmで攪拌を行いながら水135.5gを加え、更に高圧ホモジナイザーで、300kg/cm²の圧力で処理したところ水中油型エマルジョンが得られた。次いでこのエマルジョンを攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下に、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエ

ン溶液（塩化白金酸含有量0.5重量%）1.4g、非イオン性界面活性剤a 4.6gおよび非イオン性界面活性剤b 6.2gから成る混合物を添加し、24時間反応させ、イオン性界面活性剤cの28%水溶液 84.3gを添加したところ、均一な白濁分散液が得られた。この分散液を105℃で3時間乾燥した後の不揮発分は61.0重量%であり、分散液中の粒子の平均粒径をマルチサイザーII（コールター社製）*

*を用いて測定したところ 1.4μmであった。この分散液の数gを室温で乾燥したところ弾性のある白色粉末であり、光学顕微鏡で観察したところ球状であった。この分散液100gを 100mlガラスビンに採取し25℃と40℃で静置保存したときの保存安定性評価結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

		実 施 例						比 較 例		
		1	2	3	4	5	6	1	2	3
(A)	組成a	60.00	0	60.00	60.00	60.00	60.00	60.00	60.00	60.00
	組成b	0	60.00	0	0	0	0	0	0	0
(B)	非イオン性界面活性剤a	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	1.13	2.25	1.00	1.00
	非イオン性界面活性剤b	3.05	3.05	3.05	3.05	3.05	1.53	3.05	1.35	1.35
(C)	イオン性界面活性剤a	0.05	0.05	0	0	0	0	0	0	0
	イオン性界面活性剤b	0	0	0.05	0	0	0	0	2.95	0
	イオン性界面活性剤c	0	0	0	0.05	0.10	0.10	0	0	2.95
(D)	水	34.48	34.48	34.48	34.48	34.43	37.09	34.53	34.53	34.53
(B) / (C)		100/0.94	100/0.94	100/0.94	100/0.94	100/1.89	100/1.89	100/0	100/126	100/126
平 均 粒 径 (μ m)		1.6	2.5	1.5	1.5	1.6	2.0	1.5	1.6	1.4
静 置 保 存 安 定 性 (2 5 ℃)		3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	2ヶ月後 層分離	1ヶ月後 層分離	2ヶ月後 層分離
静 置 保 存 安 定 性 (4 0 ℃)		3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	3ヶ月間 変化なし	1ヶ月後 層分離	3ヶ月後 層分離	1ヶ月後 層分離

【0028】

【発明の効果】本発明の球状シリコンゴム水性分散液

50 は、従来のそれに比較して保存安定性が良好である。また潤滑剤、離型剤、化粧品添加剤、塗料添加剤、合成樹

脂添加剤として水性材料に添加配合するかあるいは直接* * 塗布して離型性やブロッキング防止性を付与できる。

フロントページの続き

(72)発明者 桑田 敏

群馬県碓氷郡松井町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内